

Forging nickel-based superalloy contg. hard gamma prime phase - by deforming at below gamma prime solidus temp. and solidus temp. to control final grain size

Patent number: FR2628349
Publication date: 1989-09-15
Inventor: BACHELET ERIC JEAN; DUCROCQ CHRISTIAN
ANTOINE BELL; LAUTRIDOU JEAN CHARLES HENRI;
LEMAITRE GÉRARD
Applicant: SNECMA (FR)
Classification:
- international: B21J1/06; C22C19/05; C22F1/18
- european: C22C19/05P5; C22F1/10
Application number: FR19880003016 19880309
Priority number(s): FR19880003016 19880309

Report a data error here

Abstract of FR2628349

Process for forging a Ni-based superalloy made by powder metallurgical method, esp. hot isostatic pressing and contg. 35-60 vol.% of hard phase gamma' consists of deforming by 25-60% at a temp. between the solidus temp. of the gamma' and max. 20 deg.C below the temp. in order to obtain a microstructure of grain size above or equal to 40 um (5-7 ASTM). The microstructure may be recrystallised or deformed. USE/ADVANTAGE - For turbo engine blades to be used at temperatures upto 750 deg.C. Enables a compromise to be established between mechanical properties such as tensile strength, fatigue and creep strength, esp. relating to crack propagation by ensuring a grain size of about 40 micro m or above in the final structure.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①① N° de publication : **2 628 349**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national : **88 03016**

⑤① Int Cl⁴ : B 21 J 1/06; C 22 F 1/18; C 22 C 19/05.

①② **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION** **A1**

②② Date de dépôt : 9 mars 1988.

③① Priorité :

④③ Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 37 du 15 septembre 1989.

⑥① Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦① Demandeur(s) : SOCIÉTÉ NATIONALE D'ÉTUDE ET DE
CONSTRUCTION DE MOTEURS D'AVIATION « S.N.E.C.
M.A. », Société anonyme. — FR.

⑦② Inventeur(s) : Eric Jean Bachelet; Christian Antoine
Bellanger Ducrocq; Jean Charles Henri Lautridou; Gérard
Lemaître.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : François Moinat, S.N.E.C.M.A.

⑤④ Procédé de forgeage de pièces en superalliage à base de nickel.

⑤⑦ Les traitements thermomécaniques appliqués à des pièces
en superalliage à base de nickel, dont la phase durcissante
gamma-prime représente une fraction volumique comprise
entre 35 et 60 %, comportent, après élaboration par métallur-
gie des poudres et densification, notamment par compaction
isostatique à chaud, au moins une séquence de déformation
exercée à une température comprise entre la température T_s
de solvus de la phase gamma-prime et 20 °C au-dessous, avec
un taux de déformation compris entre 25 % et 60 %. On
obtient une microstructure recristallisée ou écrouie à grains de
tailles supérieures ou égales à 40 micromètres, de 5 à 7
ASTM.

FR 2 628 349 - A1

D

DESCRIPTION

La présente invention concerne un procédé de forgeage de pièces en superalliage à base de nickel comportant une première phase gamma et une seconde phase durcissante gamma-prime de forme Ni_3M et notamment élaboré par métallurgie des poudres.

Ces pièces sont notamment destinées à des emplois à hautes températures, telles que des disques de turbomachine pour lesquels un ensemble de propriétés mécaniques sont recherchées : tenue en traction, en fluage, en fatigue oligocyclique et faibles vitesses de propagation de fissure.

L'évolution des cycles thermodynamiques des turbomachines modernes à très hauts rendement et puissance spécifique, notamment dans les applications aéronautiques, exige, pour les disques de rotor des parties chaudes, l'emploi de matériaux dont les bonnes propriétés mécaniques sont conservées jusqu'à 750°C dans des conditions critiques d'utilisation, temps de maintien prolongés sous charge et environnement, à des températures auxquelles les incidences des phénomènes de viscoplasticité et d'interaction avec l'environnement sont importantes.

25

Il est connu actuellement pour ces applications d'utiliser des superalliages à matrice à base de nickel, obtenus par métallurgie des poudres préalliés et comportant une seconde phase durcissante gamma-prime de fraction volumique importante, de l'ordre de 40% et notamment comprise entre 35% et 60%. Les procédés de fabrication des pièces associent habituellement une opération de densification par compaction isostatique à chaud et une opération de forgeage de type classique. Un premier choix utilisé des paramètres prévoit d'effectuer ces deux

opérations, compaction et forgeage, à une température inférieure à la température de solvus gamma-prime des alliages, ce qui conduit à une structure métallurgique à grains fins, d'une taille de l'ordre de $10\ \mu\text{m}$. Selon une 5 deuxième solution pratiquée, l'opération de compaction isostatique à chaud est effectuée à une température supérieure à la température de solvus gamma-prime des alliages, la taille de grains obtenus étant alors de l'ordre de $40\ \mu\text{m}$ (5 à 7 ASTM) et l'opération de forgeage 10 de type classique est effectuée à une température inférieure de 30 à 60°C à la température de solvus gamma-prime, ce qui conduit à une structure dite en collier avec recristallisation progressive avec la déformation appliquée de grains très fins, en collier, autour des 15 grains de poudre. Pour un taux de déformation de l'ordre de 50%, on obtient ainsi une structure uniforme à grains fins recristallisés de l'ordre de $10\ \mu\text{m}$.

Quelle que soit l'option choisie ci-dessus, ces procédés 20 antérieurs connus comportent une opération de compaction qui produit une microstructure à gamma-prime primaire de taille élevée 1 à $3\ \mu\text{m}$ dans les joints de grains qui favorise la recristallisation. Dans tous les cas, on obtient finalement une structure à grains fins, de l'ordre 25 de $10\ \mu\text{m}$, partiellement ou complètement recristallisée. Une telle microstructure permet d'obtenir de bons résultats pour certaines propriétés mécaniques, notamment en traction avec une limite d'élasticité élevée ou en fatigue avec une bonne résistance à l'amorçage et la tenue 30 en fluage reste acceptable jusque vers 600°C. Mais par contre, lorsque les températures d'utilisation dépassent 650°C et notamment lorsque des conditions d'utilisation jusqu'à 750°C, comme dans la présente invention, sont recherchées, on observe une détérioration rapide et 35 marquée de certaines propriétés, notamment dans la tenue

en fluage et dans les résultats en vitesse de propagation de fissures.

Le but du procédé de forgeage, objet de la présente invention, est d'obtenir des microstructures métallurgiques pour des pièces en superalliages à base de nickel qui procurent un compromis amélioré des différentes propriétés mécaniques recherchées de résistance en traction de tenue en fatigue, et de tenue en fluage, notamment de résistance à la propagation de fissures, dans des domaines de températures d'utilisation allant jusqu'à 750°C. Ledit procédé est caractérisé en ce que les traitements thermomécaniques appliqués auxdites pièces comportent au moins une séquence de déformation exercée dans un domaine de températures allant de 20°C au dessous de la température de solvus T_s ou mise en solution complète de la phase gamma-prime de l'alliage jusqu'à ladite température de solvus T_s et appliquée avec un taux de déformation allant de 25% à 60%, de manière à obtenir une microstructure à grains de tailles supérieures ou égales à 40 μ m, de 5 à 7 ASTM, recristallisés ou écrouis.

Avantageusement, une deuxième séquence de déformation est exercée à une température inférieure à la précédente et appliquée avec un taux de déformation compris entre 5% et 30% de manière à obtenir un écrouissage sans provoquer de recristallisation des grains de la microstructure.

Des exemples d'application avantageuse sont donnés à certains superalliages à base de nickel spécifiques, notamment destinés à la fabrication de disques de turbomachine à partir de poudres.

Le procédé de forgeage, objet de l'invention, permet d'obtenir les microstructures recherchées, à grains

écrouis, de taille comprise entre 5 et 7 ASTM, notamment dans l'élaboration de pièces à partir de poudres, aussi bien en partant d'une microstructure à grains fins qu'en partant d'une microstructure à gros grains, obtenues lors 5 d'une densification par compaction isostatique à chaud. En outre, ledit procédé, selon l'invention, n'impose pas de limitation à la déformation maximale appliquée qui peut être très grande dans le cas de produits densifiés.

10 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention seront mieux compris à la lecture de la description qui va suivre d'exemples de réalisation et d'application du procédé de forgeage de pièces en superalliages à base de nickel conforme à l'invention et en référence aux dessins 15 annexés sur lesquels :

- les figures 1 et la montrent des microphotographies à deux grandissements, respectivement 200 fois et 1000 fois, d'une microstructure d'un lopin obtenu par densification 20 par compression isostatique à chaud de poudres d'un superalliage à base de nickel, représentant un état avant application du procédé de forgeage conforme à l'invention;

- la figure 2 montre une microphotographie à un 25 grandissement de 400 fois d'une microstructure à grains fins obtenue après un forgeage du lopin représenté sur les figures 1 et la dans des conditions classiques appliquées avant l'invention ;

30 - les figures 3 et 3a montrent des microphotographies à deux grandissements, respectivement 1000 fois et 400 fois, d'une microstructure typique de l'invention, obtenue après

une opération de forgeage du lopin représenté sur les figures 1 et la dans des conditions conformes à l'invention ;

5 - la figure 4 montre une microphotographie à un grandissement de 400 fois d'une microstructure obtenue en appliquant au lopin représenté sur les figures 1 et la, et après une première séquence de déformation dont le résultat est montré sur les figures 3 et 3a, une seconde
10 séquence de déformation dans des conditions conformes à l'invention ;

- la figure 5 représente des résultats comparés d'essais mécaniques en traction obtenus sur des éprouvettes ayant
15 suivi soit un forgeage conforme à l'invention, soit un forgeage par un procédé antérieurement connu ;

- la figure 6 représente des résultats comparés d'essais mécaniques en fluage-rupture, obtenus sur des éprouvettes
20 ayant suivi, de manière analogue aux cas de la figure 5, soit un forgeage conforme à l'invention, soit un forgeage par un procédé antérieurement connu ;

- la figure 7 représente des résultats comparés d'essais
25 mécaniques en propagation de fissure, obtenus sur des éprouvettes ayant suivi, de manière analogue aux cas des figures 5 et 6, soit un forgeage conforme à l'invention, soit un forgeage par un procédé antérieurement connu.

30 EXEMPLES DE MISE EN OEUVRE

Un superalliage A à base de nickel susceptible d'être élaboré en vue de répondre à un bon compromis des propriétés mécaniques exigées notamment pour la
35 fabrication de disques de turbomachine a été choisi pour

la mise en oeuvre du procédé de forgeage conforme à l'invention.

L'alliage A présente un domaine de composition défini par le tableau ci-après définissant la teneur en pourcentages pondéraux des divers éléments :

Cr 14 à 16
Co 16 à 18
10 Mo 4,5 à 5,5
Al 3,85 à 4,15
Ti 3,35 à 3,65
C 0,01 à 0,03
Zr 0,03 à 0,06
15 Ni complément à 100

Pour cette mise en oeuvre, des lopins cylindriques d'une masse de 5Kg environ ont été élaborés à partir de poudres de l'alliage A atomisées à l'argon, présentant une
20 granulométrie inférieure à $125 \mu\text{m}$ et densifiées par compaction isostatique à chaud, effectuée à 1160°C , sous une pression de 100 MPa et à une durée de quatre heures. L'alliage A particulier utilisé présente la composition moyenne suivante, en pourcentages pondéraux :

25

- Cr 14,75; Co 16,67; Mo 5,04; Al 3,99; Ti 3,59; C 0,024; B 0,022; Zr 0,06 et Ni complément à 100.

La température de solvus T_s ou de mise en solution
30 complète de la phase gamma-prime de cet alliage A est de 1145°C .

La microstructure représentée sur les figures 1 et la, aux grossissements respectifs de 200 fois et de 1000 fois,
35 correspond à l'état, à ce stade initial de mise en oeuvre

par compaction isostatique à chaud, qui ne fait pas l'objet de l'invention et pour lequel diverses variantes peuvent être envisagées, en fonction des moyens disponibles, des facilités de mise en oeuvre et de divers 5 critères qui restent sans influence sur les résultats définitifs obtenus après application du procédé de forgeage conforme à l'invention. On observe, à ce stade, dans cet exemple représenté, une taille de grain moyenne de 5 à 7 ASTM et une précipitation de gamma-prime primaire 10 de 1 à 3 μ m.

EXEMPLE 1 SELON L'ART ANTERIEUR

Un des lopins obtenus ci-dessus a été forgé en appliquant 15 des conditions classiques n'appartenant pas à la présente invention, notamment en ce qui concerne la température qui est de 1100°C, par conséquent nettement inférieure à la température de solvus gamma-prime de l'alliage A.

Une microstructure à grains fins est obtenue en appliquant 20 un taux de déformation de 65%, comme le montre la figure 2.

EXEMPLE 2 SELON L'ART ANTERIEUR

25 Un autre lopin, obtenu dans les conditions décrites auparavant, a été forgé en appliquant des conditions, notamment la température, n'appartenant pas au domaine de l'invention. Une déformation à un taux de 65 % a été appliquée à une température de 1150°C, supérieur à la 30 température de solvus gamma-prime de l'alliage A. La microstructure obtenue est à grains totalement recristallisés de 3-4 ASTM.

EXEMPLE 3 SELON L'INVENTION

Un autre lopin, toujours obtenu dans les mêmes conditions déjà décrites, est soumis à un forgeage dans des conditions conformes à l'invention. On a appliqué une déformation, à un taux de 50% et à une vitesse d'environ $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, à une température de 1135°C, située dans le domaine de températures défini par l'invention et allant pour l'alliage A de 1125°C à 1145°C.

10

Les figures 3 et 3a, aux grandissements respectifs de 1000 fois et 400 fois, montrent la microstructure obtenue, typique de l'invention et elle présente des grains recristallisés de 5 à 7 ASTM et un gamma-prime uniforme de 0,5 μm .

Une partie du lopin ayant subi ladite première séquence de déformation a ensuite été soumis à une seconde séquence de déformation, appliquée dans des conditions conformes à l'invention, à une température de 1100°C, inférieur à la précédente et avec un taux de déformation de 25%. La figure 4, à un grandissement de 400 fois, montre la microstructure obtenue qui ne présente pas de recristallisation mais par contre, un écrouissage du matériau.

Cette seconde séquence, en fonction des applications particulières, peut dans certains cas être omise mais se justifie cependant généralement par les avantages obtenus et l'amélioration des résultats.

Quelques explications complémentaires des phénomènes observés peuvent être proposées :

35 - pour les alliages à base nickel considérés, à forte

fraction volumique de phase gamma-prime, la ductilité croît à l'approche de la température de solvus gamma-prime, pour être maximale à cette température ;

- 5 - la vitesse de croissance des grains reste modérée au voisinage de cette température, ce qui permet de confiner la taille des grains aux dimensions visées par l'invention dans des temps normaux de mise en oeuvre.
- 10 - les conditions de température et de taux de déformation minimal définies par l'invention conduisent à une structure recristallisée particulière : le gamma-prime primaire de 1 à 3 μ m est partiellement remis en solution pour laisser la place à une précipitation plus homogène de 15 gamma-prime de dimension inférieure à 0,5 μ m ; il s'avère qu'une telle microstructure est très défavorable à la germination de la recristallisation dans l'éventualité de séquences ultérieures de déformation ;
- 20 - cette dernière propriété permet d'obtenir un durcissement du matériau par écrouissage, en appliquant une seconde séquence de déformation, à température plus faible que la première, avec un taux faible de déformation de 5% à 30% et à une vitesse de déformation suffisante, 25 supérieure à 5 10^{-3} s^{-1} ;

- l'absence de recristallisation observée lors de cette seconde séquence de déformation et l'écrouissage obtenu, induisent une augmentation des propriétés statiques 30 (limite élastique) ainsi que la tenue en fluage.

Pour ledit alliage A, des essais mécaniques ont été réalisés sur trois types d'éprouvettes respectivement obtenues en appliquant un des procédés de forgeage décrits 35 ci-dessus, aux exemples 1, 2, 3. Les résultats comparés

obtenus sont rassemblés sur les figures 5, 6, et 7.

Sur la figure 5, présentant les résultats des essais effectués en traction, la courbe 1 représente les 5 résultats de résistance en traction obtenus sur des éprouvettes obtenues selon l'exemple 1 présentant une microstructure à grains fins, la courbe 2, ceux obtenus sur des éprouvettes selon l'exemple 2 présentant une microstructure à gros grains recristallisés et la courbe 10 3, ceux obtenus sur des éprouvettes selon l'exemple 3 présentant une microstructure conforme à l'invention à grains écrouis, de taille moyenne. De manière analogue, les courbes 1a, 2a et 3a, 1b, 2b et 3b, représentent respectivement les résultats correspondants en limite 15 élastique et en allongement. Les ordonnées de la figure 5 sont graduées en MPa à gauche pour la résistance et la limite élastique et en pour cent. à droite pour les allongements. En abscisses, sont reportées les trois températures d'essais : 550°C, 650°C et 750°C.

20

Les résultats des essais effectués en fluage-rupture, d'une part sous charge de 950 MPa, à 650°C, à gauche et, d'autre part, sous charge de 610 MPa, à 730°C à droite, sont représentés sur les diagrammes de la figure 6 ; 4 et 25 4a correspondent à une microstructure à grains fins recristallisés de 10 ASTM selon l'exemple 1 précédemment décrit ;

5 et 5a correspondent à une microstructure à gros grains de 3 - 4 ASTM recristallisés selon l'exemple 2 30 précédemment décrit et 6 et 6a correspondent à une microstructure conforme à l'invention à grains de taille moyenne de 5 à 7 ASTM écrouis, obtenue selon l'exemple 3 précédemment décrit. En ordonnées, sont reportés les temps à rupture T_R en heures ainsi que les allongements $A\%$ en 35 pour cent.

Des essais comparés ont également été menés en fissuration cyclique à 650°C à l'air pour lesquels sont représentés à la figure 7 les valeurs de vitesse de fissuration da/dN reportées en ordonnées en fonction des amplitudes ΔK de 5 facteur d'intensité de contrainte, en abscisses, en $MPa\sqrt{m}$. M, chaque cycle présentant un temps de maintien sous charge de traction maximale $t_m = 300s$. La courbe 7 correspond à une microstructure à grains fins selon l'exemple 1 ci-dessus, la courbe 8, à une microstructure à 10 gros grains recristallisés selon l'exemple 2 ci-dessus et la courbe 9, à une microstructure conforme à l'invention, à grains de taille moyenne écrouis, selon l'exemple 3 ci-dessus.

Ces résultats montrent clairement dans leur ensemble que 15 le compromis recherché entre des propriétés mécaniques différentes est atteint par l'invention. En effet, au prix d'une légère diminution acceptable de la limite d'élasticité, la microstructure obtenue par le procédé de forgeage conforme à l'invention, comportant des grains de 20 taille moyenne, de 5 à 7 ASTM, écrouis présente une amélioration du compromis de propriétés mécaniques intéressant à la fois la traction, le fluage et la fissuration, par rapport aux microstructures à grains fins ou à gros grains recristallisés qui peuvent être obtenues 25 par les procédés antérieurement connus.

REVENDICATIONS

1 . Procédé de forgeage de pièces en superalliage à base
de nickel, élaborées par métallurgie des poudres, et
notamment densifiées par compaction isostatique à chaud,
5 comportant une phase durcissante gamma-prime dont la
fraction volumique est comprise entre 35 et 60%
caractérisé en ce que les traitements thermomécaniques
appliqués auxdites pièces comportent au moins une séquence
de déformation exercée dans un domaine de températures
10 allant de 20°C au maximum au-dessous de la température Ts
de solvus ou mise en solution complète de la phase gamma-
prime de l'alliage jusqu'à ladite température de solvus Ts
et appliquée avec un taux de déformation allant de 25 % à
60 % de manière à obtenir une microstructure à grains de
15 tailles supérieures ou égales à 40 μ m, de 5 à 7 ASTM,
recristallisé ou écrouis..

2 . Procédé de forgeage selon la revendication 1 dans
lequel la séquence de déformation caractérisée par la
20 revendication 1 est unique.

3 . Procédé de forgeage selon la revendication 1 dans
lequel la séquence de déformation caractérisée par la
revendication 1 est suivie d'une deuxième séquence de
25 déformation exercée à une température inférieure à celle
de la première séquence et appliquée avec un taux de
déformation comprise entre 5 % et 30 %.

4 . Procédé de forgeage selon l'une des revendications 1
30 ou 2 appliqué à des pièces en superalliage élaboré par
métallurgie des poudres, de composition suivante :

Cr 14 à 16; Co 16 à 18; Mo 4,5 à 5,5; Al 3,8 à 4,15;
Ti 3,35 à 3,65, C 0,01 à 0,03; B 0,015 à 0,03; Zr 0,03 à
35 0,06; Ni complément à 100,

dans lequel une séquence unique de déformation est appliquée dans un domaine de température compris entre 1130° C et 1145° C, avec un taux de déformation compris entre 25 % et 60 %, la microstructure obtenue étant
5 recristallisée, à grains de taille voisine de 40 μ m, de 5 à 7 ASTM.

5 . Procédé de forgeage selon l'une des revendications 1 ou 3 appliqué à des pièces en superalliage élaboré par
10 métallurgie des poudres, de composition suivante :

Cr 14 à 16; Co 16 à 18; Mo 4,5 à 5,5; Al 3,85 à 4,15; Ti 3,35 à 3,65; Co 0,01 à 0,03; B 0,015 à 0,03; Zr 0,03 à 0,06; Ni complément à 100

15 dans lequel une première séquence de déformation est appliquée dans un domaine de température compris entre 1130° C et 1145° C, avec un taux de déformation compris entre 25 % et 60 % et une seconde séquence de déformation est appliquée à une température voisine de 1100°C, avec un
20 taux de déformation compris entre 10 et 30%, la microstructure obtenue étant à grains écrouis, de taille voisine de 40 μ m, de 5 à 7 ASTM.

25

30

35

2628349

1/6

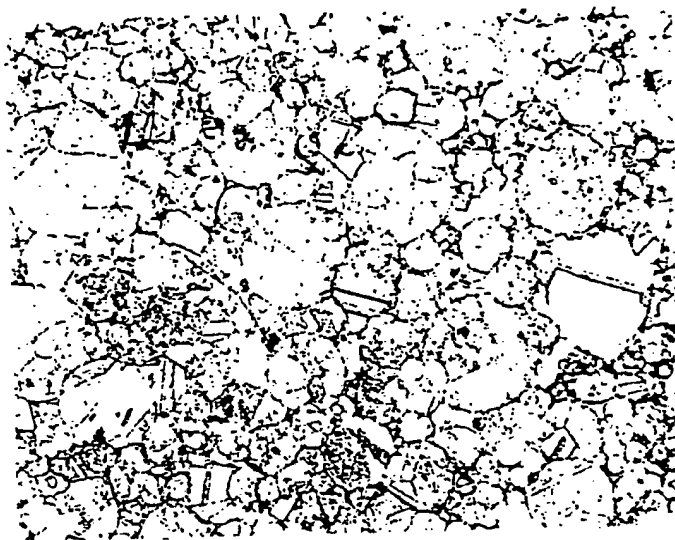


FIG:1

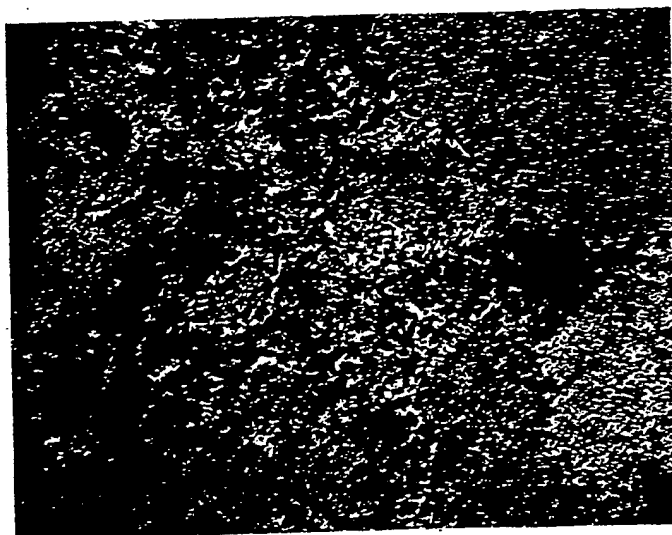


FIG :1a

2628349

2 / 6

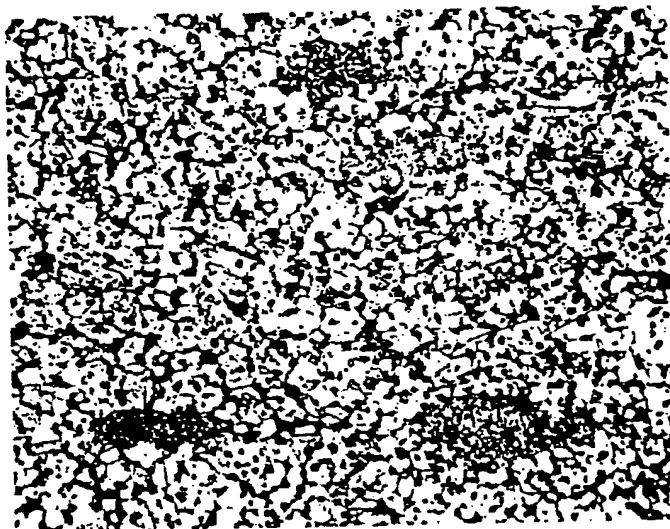


FIG:2

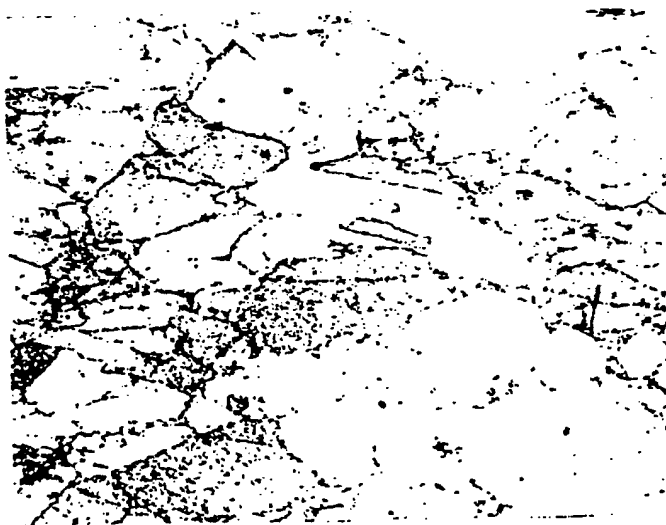


FIG:4

2628349

3 / 6

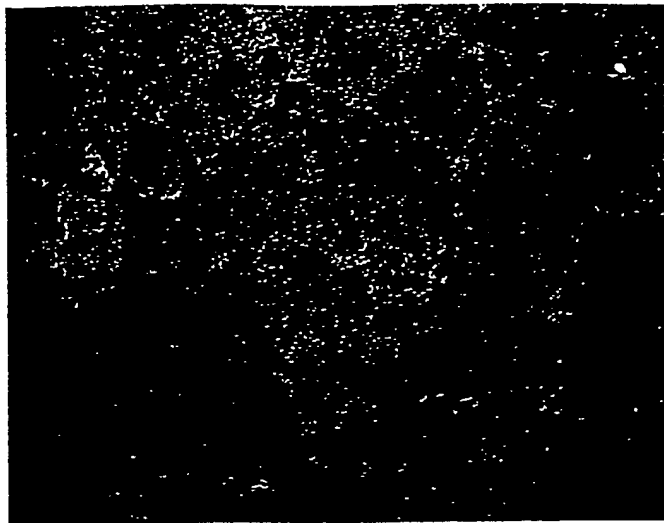


FIG: 3



FIG: 3a

4 / 6

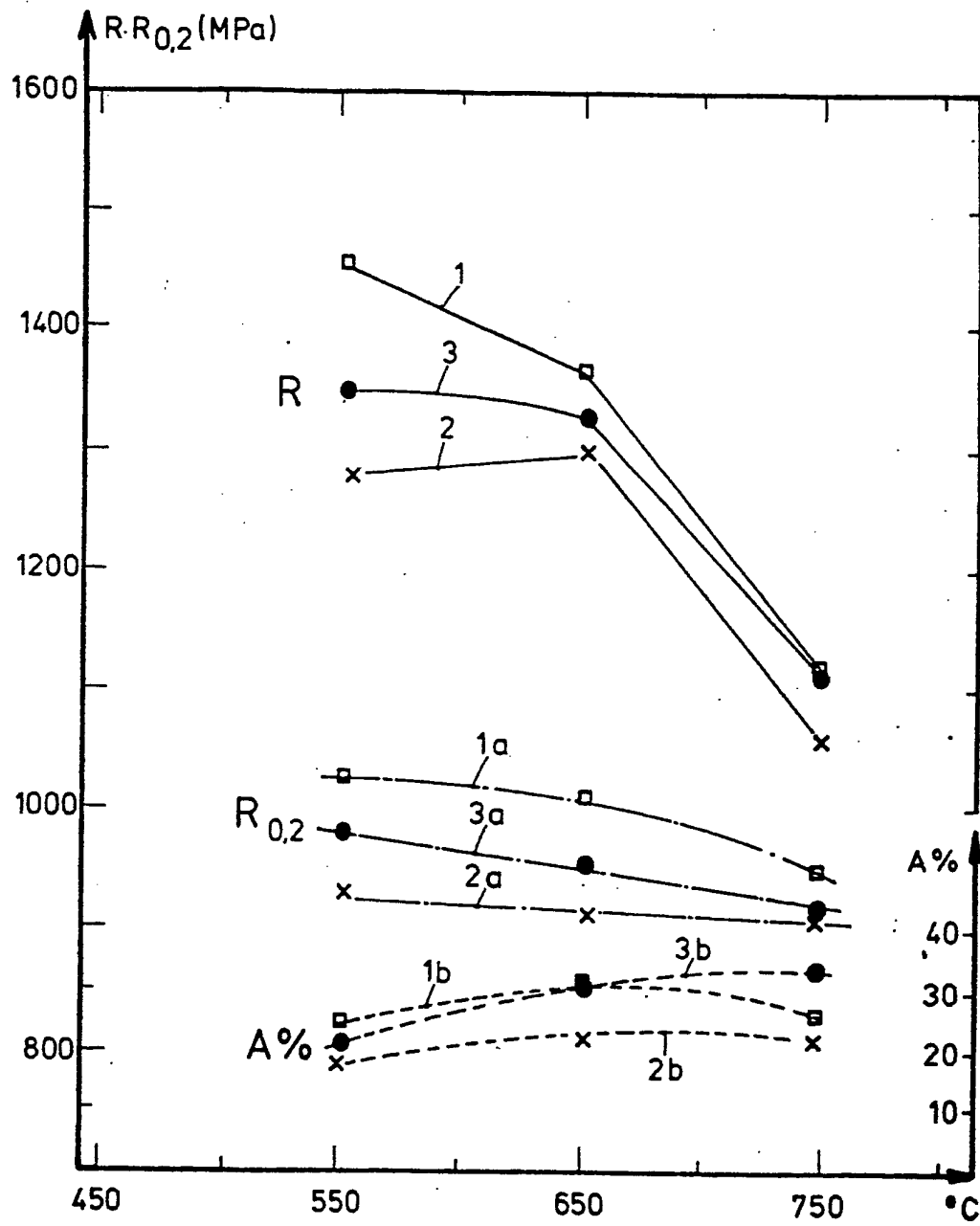


FIG:5

5/6

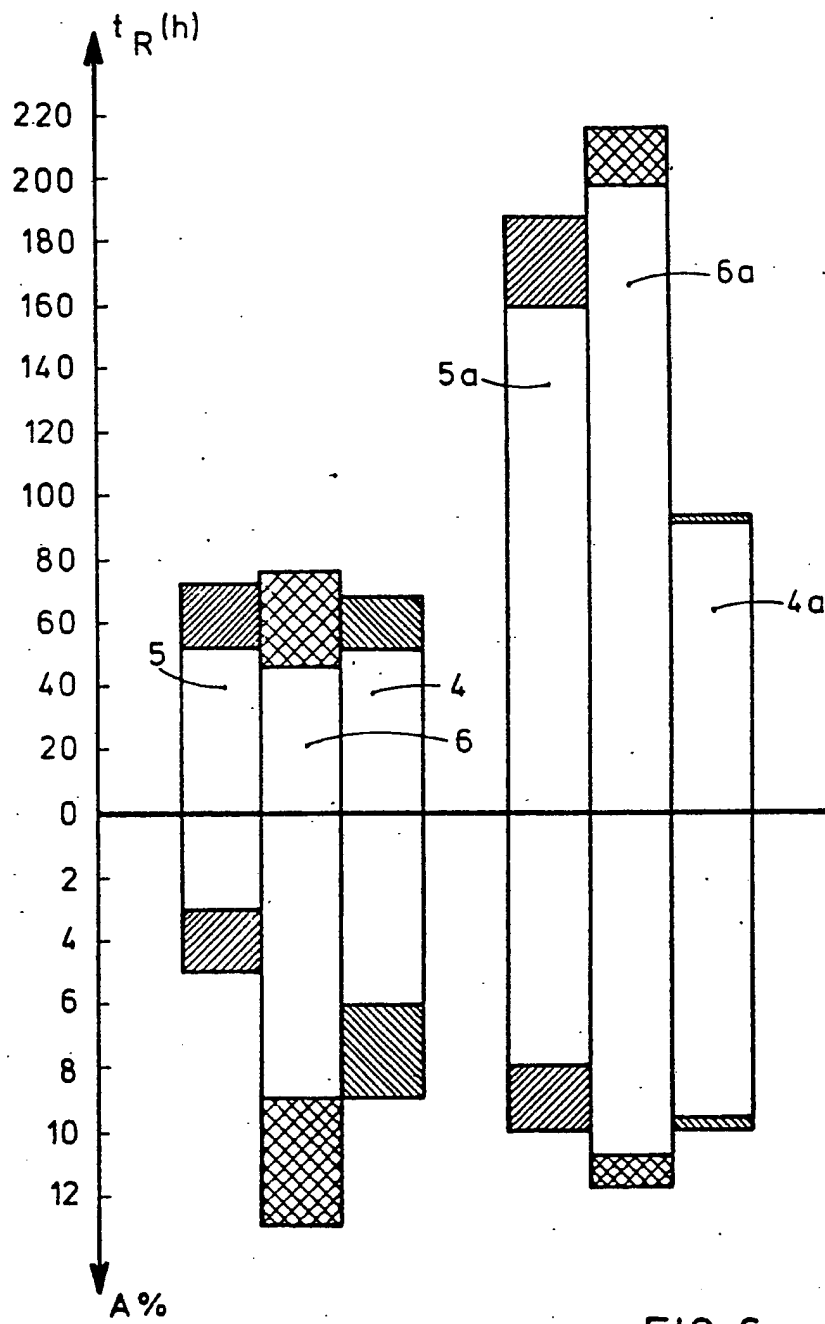


FIG:6

6/6

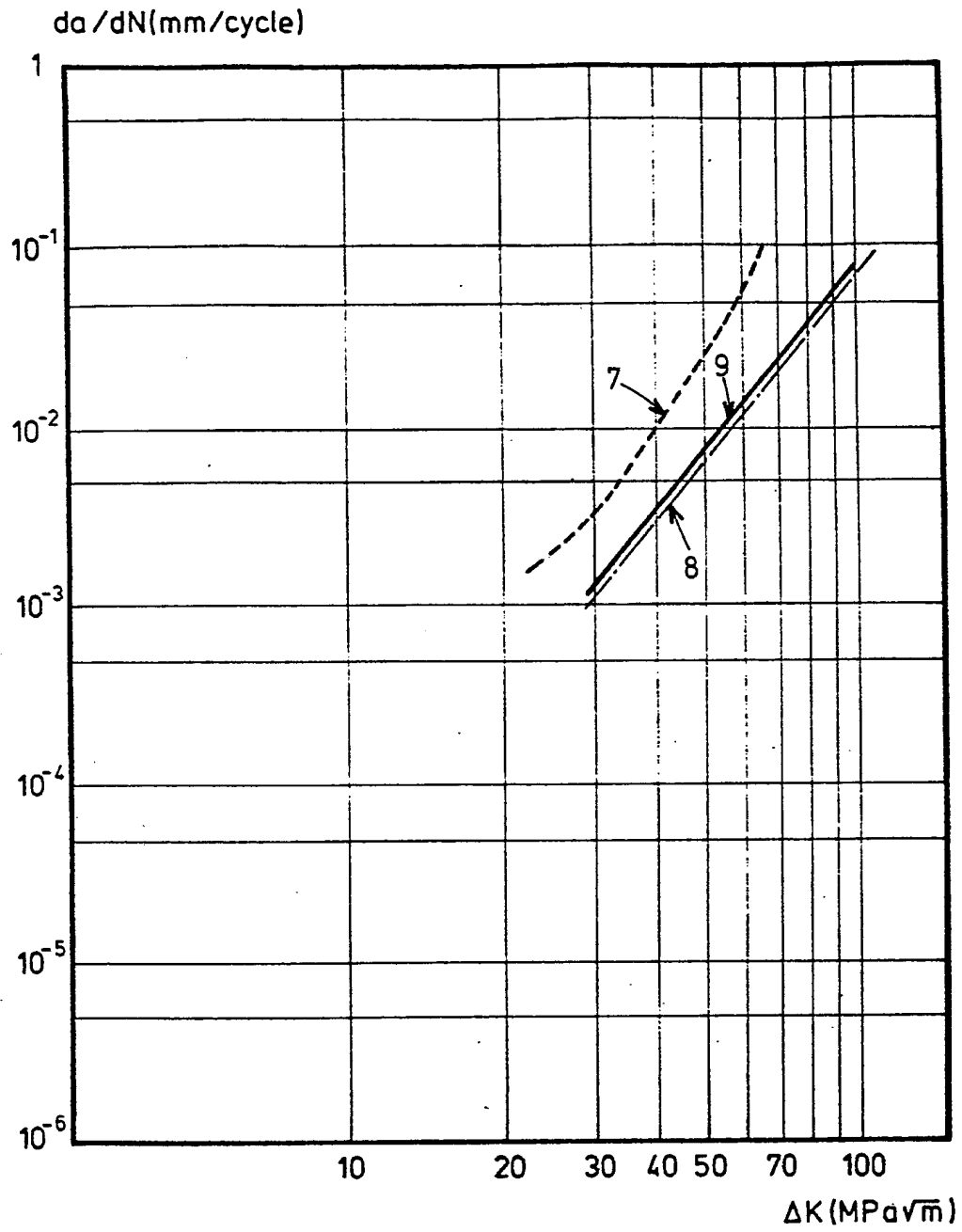


FIG:7

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

